

# PATENT ABSTRACTS OF JAPAN

(11)Publication number : 63-035504

(43)Date of publication of application : 16.02.1988

(51)Int.Cl.

A01N 47/36

A01N 25/08

A01N 47/34

(21)Application number : 61-180657

(71)Applicant : NISSAN CHEM IND LTD

(22)Date of filing : 31.07.1986

(72)Inventor : FUJINAWA SHOJI

KASAI YUTAKA

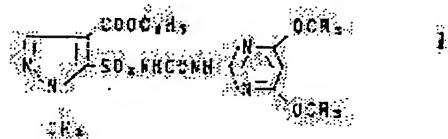
KAMAKI SHIRO

## (54) RELEASE-CONTROLLED HERBICIDAL GRANULE

### (57)Abstract:

**PURPOSE:** To provide the titled herbicidal granule composed of a sulfonylurea herbicidal component, activated carbon, paraffin wax and a mineral carrier, keeping the controlled rate of release even after the storage for a long period and capable of maintaining stable rate of release over a long period.

**CONSTITUTION:** The objective granule is composed of (A) a sulfonylurea herbicidal component of formula III [Q is (substituted) phenyl, benzyl or heterocyclic group; R is (substituted) pyrimidyl or triazyl] such as the compound of formula I or formula II, etc., exhibiting high activity at a low rate of application, (B) powdery or granular activated carbon, (C) paraffin wax having various melting point ranges and (D) a mineral carrier such as bentonite, talc, etc. The amounts of the sulfonylurea herbicide component, activated carbon and paraffin wax are preferably 0.01W1pt.(wt.), 0.1W5wt% and 0.05W3wt% based on 100pts. of the granule. The composition may further contain surfactant and other additives. The components are uniformly mixed and granulated with a granulator to obtain the objective granule.



⑨ 日本国特許庁(JP)

⑩ 特許出願公開

⑫ 公開特許公報(A)

昭63-35504

⑪ Int. Cl.<sup>4</sup>

A 01 N 47/36  
25/08  
47/34

識別記号

1 0 1

庁内整理番号

E-8519-4H  
7215-4H  
E-8519-4H

⑬ 公開 昭和63年(1988)2月16日

審査請求 未請求 発明の数 1 (全4頁)

⑭ 発明の名称 放出制御させた除草用粒剤

⑮ 特 願 昭61-180657

⑯ 出 願 昭61(1986)7月31日

⑰ 発 明 者 藤 縄 昭 二 千葉県船橋市坪井町722番地1 日産化学工業株式会社中央研究所内

⑰ 発 明 者 葛 西 豊 千葉県船橋市坪井町722番地1 日産化学工業株式会社中央研究所内

⑰ 発 明 者 鎌 木 史 朗 千葉県船橋市坪井町722番地1 日産化学工業株式会社中央研究所内

⑰ 出 願 人 日産化学工業株式会社 東京都千代田区神田錦町3丁目7番地1

明 細 書

1. 発明の名称

放出制御させた除草用粒剤

2. 特許請求の範囲

(1) スルホニルウレア系除草活性成分と活性炭とパラフィンワックスと植物質担体とからなる放出制御させた除草用粒剤。

(2) スルホニルウレア系除草活性成分が、N-((4, 6-ジメトキシピリミジン-2-イル)アミノ)カルボニル)-4-エトキシカルボニル-1-メチルピラゾール-5-スルホンアミドである特許請求の範囲第1項記載の除草用粒剤。

(3) スルホニルウレア系除草活性成分が、メチル-2-(((4, 6-ジメトキシピリミジン-2-イル)アミノ)カルボニル)アミノ)スルホニル)メチル)ベンゾエートである特許請求の範囲第1項記載の除草用粒剤。

3. 発明の詳細な説明

(産業上の利用分野)

本発明は、スルホニルウレア系除草活性成分の水中への放出を制御させた新規な除草用粒剤に関するものである。

(従来の技術および問題点)

従来、農薬活性成分の水中への放出制御させた農薬組成物は、特開昭56-169601号公報に記載されている。

この農薬組成物は、農薬活性成分に活性炭と植物性油とを含有しており、この組成物の製造後、直ちに水中へ処理された場合には、意図した放出制御は達成されうるが、しかし長期の保存後に使用した場合には、意図した放出制御が変化し時間の経過とともに活性成分の放出が悪化し低下してきて、目的とする除草効果が発揮されなくなるといふ問題点があることを本発明者らの試験によって判明した。

(問題点を解決するための手段)

本発明は、スルホニルウレア系除草活性成分を

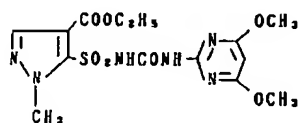
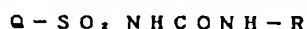
含有した新規な除草用粒剤に関するものであり、長期の保存後に使用しても、意図した放出制御が変化することなく長期にわたって安定した放出制御が維持しうることを、本発明者らは見出したものである。

本発明は、スルホニルウレア系除草活性成分と活性炭とパラフィンワックスと鉱物質担体とからなる放出制御させた除草用粒剤に関するものである。本発明において、活性炭は、粉状のものでも粒状のものでもよく、いずれも使用できる。

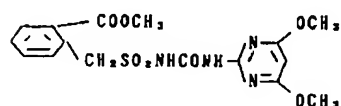
パラフィンワックスは、その融点範囲は種々のものがあるが、いずれのものも使用できる。

鉱物質担体は、特に限定されるものではないが例えばタルク、クレー、珪藻土、ベントナイト、ホワイトカーボン、炭酸カルシウムなどが挙げられる。

本発明において、スルホニルウレア系除草活性成分は特に限定されるものではなく、低重量で活性が高いものが望ましく、例えば次式：



化合物 A



化合物 B

本発明の除草用粒剤の製造法としては、特に限定されるものではないが例えば、スルホニルウレア系除草活性成分とパラフィンワックスとを有機溶剤（例えば、クロロホルム、酢酸エチルなど）に溶解し、この溶解混合物を活性炭と混合して均一に活性炭に吸着せしめて、その後、有機溶剤を風乾や減圧下吸引などで除去し、鉱物質担体と均一に混合し、適量の水を添加し、混練して、造粒機により造粒したものを乾燥して、本発明の除草用粒剤を製造する方法が挙げられる。

次に本発明の除草用粒剤の製造方法を具体的に挙げるが、これらのみに限定されるものではない

（式中、Qは、各種の置換基で置換されていてもよいフェニル基、ベンジル基もしくは複素環基を示し、Rは、各種の置換基で置換されていてもよいピリミジル基もしくはトリアジル基を示す。）で表される誘導体が挙げられ、具体的には例えば N-〔（4，6-ジメトキシピリミジン-2-イル）アミノカルボニル〕-4-エトキシカルボニル-1-メチルピラゾール-5-スルホンアミド（以下、化合物Aと略称する。）、メチル-2-〔（〔（〔（4，6-ジメトキシピリミジン-2-イル）アミノ〕カルボニル）アミノ〕スルホニル）メチル〕ベンゾエート（以下、化合物Bと略称する。）などが挙げられる。

本発明粒剤100重量部中に、スルホニルウレア系除草活性成分は0.01~1.0重量部、活性炭は0.1~5重量部、パラフィンワックスは0.05~3重量部の範囲で含有されているのが望ましい。

本発明粒剤中には、通常の界面活性剤、その他の補助剤を含有させてもよい。

#### 実施例 1

0.07部の化合物Aと0.2部のパラフィンワックス（融点 42~44℃）との混合物に、30部のクロロホルムを加えて50℃に加温し、混合物を溶解させ、これに1部の活性炭粉末を混合して約50℃で30分の間に均一に活性炭粉末に吸着させた。その後、減圧下でクロロホルムを留去し、20部のベントナイトおよび78.73部のタルクを加えて均一に混合し、30部の水を添加して、よく混練した後、造粒機で成型して、50℃で4時間乾燥を行い最後に整粒して、本発明の除草用粒剤を得た。

#### 実施例 2

実施例1において、パラフィンワックス（融点 42~44℃）を0.3部に、タルクを78.63部に代えたこと以外は、すべて実施例1に準じて本発明の除草用粒剤を得た。

#### 実施例 3

実施例1において、パラフィンワックス（融点 42~44℃）を0.5部に、タルクを78.43部に代えたこと以外は、すべて実施例1に準じて本発明の

除草用粒剤を得た。

#### 実施例 4

実施例 1 において、パラフィンワックス（融点 42～44℃）をパラフィンワックス（融点 56～58℃）に代えたこと以外は、すべて実施例 1 に準じて本発明の除草用粒剤を得た。

#### 実施例 5

実施例 2 において、パラフィンワックス（融点 42～44℃）をパラフィンワックス（融点 56～58℃）に代えたこと以外は、すべて実施例 2 に準じて本発明の除草用粒剤を得た。

#### 実施例 6

実施例 3 において、パラフィンワックス（融点 42～44℃）をパラフィンワックス（融点 56～58℃）に代えたこと以外は、すべて実施例 3 に準じて本発明の除草用粒剤を得た。

#### 実施例 7

実施例 1 において、パラフィンワックス（融点 42～44℃）をパラフィンワックス（融点 69～73℃）に代えたこと以外は、すべて実施例 1 に準じて本発明の除草用粒剤を得た。

い最後に整粒して、除草用粒剤を得た。

#### 比較例 2

比較例 1 において、大豆油を 0.3 部に、タルクを 78.63 部に代えたこと以外は、すべて比較例 1 に準じて除草用粒剤を得た。

#### 比較例 3

比較例 1 において、大豆油を 0.5 部に、タルクを 78.43 部に代えたこと以外は、すべて比較例 1 に準じて除草用粒剤を得た。

次に上記の実施例 1～9 および比較例 1～3 で得られた各種の除草用粒剤を用いて、虚待試験を行い、この虚待試験後のサンプル（長期保存に相当）中の除草活性成分の水中への放出量と虚待試験前のサンプルの放出量とを測定し、長期保存後の水中への放出制御の程度を調べた。

#### 虚待試験

実施例 1～9 および比較例 1～3 で得られた粒剤を、それぞれガラス製のサンプルビンに入れ密栓をした後、50℃に設定した恒温槽に入れて14日間放置して虚待試験を行った。

て本発明の除草用粒剤を得た。

#### 実施例 8

実施例 2 において、パラフィンワックス（融点 42～44℃）をパラフィンワックス（融点 69～73℃）に代えたこと以外は、すべて実施例 2 に準じて本発明の除草用粒剤を得た。

#### 実施例 9

実施例 3 において、パラフィンワックス（融点 42～44℃）をパラフィンワックス（融点 69～73℃）に代えたこと以外は、すべて実施例 3 に準じて本発明の除草用粒剤を得た。

#### 比較例 1

0.07 部の化合物 A と 0.2 部の大豆油との混合物に 30 部の酢酸エチルを加えて 50℃に加温し、混合物を溶解させ、これに 1 部の活性炭粉末を混合して約 50℃で 30 分の間に均一に活性炭粉末に吸着させた。その後、減圧下で酢酸エチルを留去し、20 部のベントナイトおよび 78.73 部のタルクを加えて均一に混合し、30 部の水を添加して、よく混練した後、造粒機で成型して、50℃で 4 時間乾燥を行

#### 溶出試験

供試サンプルとして、実施例 1～9 および比較例 1～3 で得られた粒剤の虚待試験前のサンプルおよび虚待試験後のサンプルを供した。

試験器としては恒温攪拌槽を用い、水温  $30 \pm 0.5$ ℃で、攪拌回転速度 30rpm に設定した。

この試験器を用いて以下の試験を行った。

500ml ビーカーに硬水（3度）を 500ml 入れて、サンプル 5g を投入した。この 500ml ビーカーを上記試験器に設置し、試験開始し、この開始 1、3 および 5 時間後に約 3ml を採水して、水中へ放出（溶出）した除草活性成分の濃度を液体クロマトグラフで測定した。結果を第 1 表に示す。

特開昭63-35504 (4)

第1表 (濃度単位: ppm)

経過時間	1時間後		3時間後		5時間後	
	前	後	前	後	前	後
実施例1	0.8	0.8	1.4	1.4	1.7	1.8
実施例2	1.2	1.2	2.0	2.2	2.3	2.5
実施例3	1.4	1.5	2.3	2.5	2.5	2.6
実施例4	0.8	0.9	1.1	1.4	1.3	1.6
実施例5	1.4	1.2	2.2	2.0	2.6	2.4
実施例6	1.5	1.4	2.5	2.3	2.8	2.6
実施例7	0.4	0.5	0.6	0.7	0.8	1.0
実施例8	0.7	0.8	1.2	1.3	1.5	1.7
実施例9	0.8	0.9	1.3	1.4	1.6	1.8
比較例1	0.6	0.2	1.3	0.4	1.8	0.6
比較例2	0.7	0.3	1.5	0.7	2.1	1.0
比較例3	0.9	0.5	2.1	0.9	2.6	1.2

第1表中の前は、虚待試験前のサンプルで、後は虚待試験後のサンプルの場合を表す。

第1表の結果より明らかなとおり、実施例1～9の本発明の粒剤は、虚待試験後（長期保存後）においても虚待試験前に比べて、活性成分の水中への放出（溶出）がほとんど変わらない。すなわち長期保存後においても放出制御が十分に達成されている。一方、比較例1～3の粒剤では、虚待試験後（長期保存後）においては、虚待試験前に比

べて、活性成分の水中への放出（溶出）が、すべて半分以下となり、目的とする放出制御が十分に達成されていない。

特許出願人 日産化学工業株式会社